






**METHOD OF MANUFACTURING MASTERBATCH**

**Patent number:** JP52151338 (A)  
**Publication date:** 1977-12-15  
**Inventor(s):** ERIBAN HAGOPIAN; ARAN KURAAKU MOOGAN  
**Applicant(s):** CABOT CORP  
**Classification:**  
**- international:** *C08L7/00; C08J3/16; C08J3/20; C08J3/215; C08J3/22; C08K3/04; C08L21/00; C08L21/02; C08L33/00; C08L33/02; C08L9/10; C08L7/00; C08J3/12; C08J3/20; C08K3/00; C08L21/00; C08L33/00; C08L9/00; (IPC1-7): C08C1/14; C08J3/22; C08K3/04; C08L21/00*  
**- european:** C08J3/215  
**Application number:** JP19770041582 19770413  
**Priority number(s):** US19760676970 19760414

**Also published as:**

 JP54010576 (B)  
 US4029633 (A)  
 SU910124 (A3)  
 SG56383 (G)  
 PL105366 (B1)

more &gt;&gt;

Abstract not available for JP 52151338 (A)

Abstract of correspondent: **US 4029633 (A)**

This disclosure relates to a continuous process for the preparation of rubber masterbatches.

---

Data supplied from the **esp@cenet** database — Worldwide

## 公開特許公報

昭52—151338

⑤Int. Cl.<sup>2</sup> 識別記号  
 C 08 L 21/00  
 C 08 C 1/14  
 C 08 J 3/22  
 C 08 K 3/04 CAM

⑥日本分類 庁内整理番号  
 25(1) B 0 6746—48  
 25(1) A 111.1 6358—48  
 25(1) A 121.17 6358—48

④公開 昭和52年(1977)12月15日

発明の数 1  
 審査請求 未請求

(全 4 頁)

④マスターバッチの製造方法

⑦特 願 昭52—41582

⑧出 願 昭52(1977)4月13日

優先権主張 ③1976年4月14日③アメリカ国  
 ⑩676970

⑦発 明 者 エリバン・ハゴピアン  
 アメリカ合衆国マサチューセツ  
 ツ州レキシントン・キャロル・  
 レーン7

⑦発 明 者 アラン・クラーク・モーガン  
 アメリカ合衆国マサチューセツ  
 ツ州サドベリー・フィリップス  
 ・ロード21

⑧出 願 人 キヤボット・コーポレーション  
 アメリカ合衆国マサチューセツ  
 ツ州ボストン・ハイ・ストリー  
 ト125

④代 理 人 弁理士 浅村皓 外3名

## 明 細 書

## 1. 発明の名称

マスターバッチの製造方法

## 2. 特許請求の範囲

(1) 水性カーボンブラックスラリーをゴムラテックスと混合しクリーム化された均一混合物を得、そしてこのクリーム化カーボンブラック・ラテックス混合物を水性酸性溶液で凝固しゴム小片含有溶液を得、これからゴム小片を分離し、水洗し、乾燥しそして回収しそして漿液を凝固液に循環するカーボンブラック・ゴムマスターバッチの製造方法に於いて、カーボンブラックスラリーとラテックスを別々の連続流の形で導入し均一混合物を形成し、その後得られたカーボンブラック・ラテックス混合物をクリーム化し、そして少なくとも一つの一貫した流れの形のこのクリーム化混合物を酸性凝固液の流動流中に凝固液流の周囲から凝固液流の軸に対して実質的に横切る方向に導入して、クリーム化カーボンブラック・ラテックス混合物流を凝固生起に先立つて剪断されそして噴

霧されるようにすることにより前記の得られたクリーム化混合物を凝固することを特徴とする改良方法。

(2) ゴムラテックスが合成ゴムラテックス又は天然ゴムラテックスである上記(1)項の方法。

(3) 水性カーボンブラックスラリーが約30重量%までの量のカーボンブラックを含有する上記(1)項の方法。

(4) カーボンブラックがペレット状である上記(1)項の方法。

(5) 凝固剤が酸性凝固液流と混合される上記(1)項の方法。

(6) 凝固液を調製するのに用いられる酸が氷酢酸である上記(1)項の方法。

(7) 酸性凝固液流が約2.5乃至3.0のpHに保持される上記(1)項の方法。

## 3. 発明の詳細な説明

本発明は、カーボンブラック及びゴムを含むマスターバッチの製造方法に関する。特に本発明は、水性天然又は合成ゴムラテックス及びカーボンブ

ラツクの水性スラリーからゴムマスターパッチを製造するための改良された方法に関する。

更に、本発明方法は、ゴムマスターパッチ製造の通常の方法でしばしば遭遇する多くの問題を排除する。例えばラテックスマスターパッチを凝固する通常の方法では、ゴム小片と凝固酸の接触時間は制御しにくい。同様にカーボンブラック・ラテックス クリーム化 反応及びカーボンブラックとラテックスとの混合物が凝固液と混合されるプロセスの一部を包含する従来のマスターパッチ技術に伴う問題がある。

従つて本発明の主たる目的は、従来技術に伴う欠点が排除される天然又は合成ゴム及びカーボンブラックから成るマスターパッチの新規のそして改良された製造方法を提供することである。

本発明の更に特定の目的は、ゴム中のカーボンブラックのマスターパッチのよく制御された製造方法を提供することである。

本発明のその他のそして異なる目的、利点及び特徴は、以下の詳細な記述及び特許請求の範囲を

## 3

いられているいずれの種類のものでもよくそして多くの公知文献に充分記載されている。勿論これらは、ニトリルゴム、ハロゲン化ゴム、ポリクロロブレン、スチレン・ブチレンゴム (SBR)、アクリルゴムの如きゴム及び種々の天然ゴムを含む。

本発明のマスターパッチの製造方法は、比較的簡単でそして非常に有効である。本方法は、ゴムと酸性凝固液との均一接触及びカーボンブラック・ラテックス混合物と凝固液との適切な混合を有しており得られるゴム小片 (orumb) の確保に成功する。一般に、本発明方法は多くの操作に於いて従来技術に類似している。これらには、水性カーボンブラックスラリーの製造及び必要に応じて塩化ナトリウム、塩化亜鉛、アラム及び類似のものゝの如きいずれかのクリーム化剤を用いることによるカーボンブラック・ラテックス混合物のクリーム化がある。ここで用いられる凝固液は、同様に当業者によく知られており、これは通常の量及び濃度でこの目的に普通に用いられる有機又は無機酸によつて酸性にされた希釈水性ストリームか

考慮することによつて当業者にとつて明らかになるであらう。

本発明に従えば、上記のそして更に他の目的はブラックマスターパッチの新規のそして改良された製造方法を使用することによつて達成される。この方法は、通常のやり方でのカーボンブラックの水性スラリーの形成を必要とする。これは、水性媒体中のカーボンブラックの濃度が約30重量%までの範囲、そして好ましくは少なくとも5乃至約20重量%の範囲であるカーボンブラックの水性スラリーを含む。比較的粉塵性でそして取扱い容易な高密度、高圧縮ペレットの形のカーボンブラックを用いることが更に好ましい。ブラックマスターパッチの製造に於いては、ゴム組成物に添加されるカーボンブラックの量は用いられるカーボンブラックスラリーの量で決まる。普通、有用なゴム組成物は天然又は合成ゴム各100重量部当り約10乃至約250重量部のカーボンブラックを含有する。天然及び合成ゴム両方を含むここで用いられるゴムラテックスは、従来普通用

## 4

ら成つてゐる。特に好ましい酸は氷酢酸である。用いられる酸の量は、カーボンブラック・ラテックス混合物の適切な凝固を確実にするのに充分なものであり、そして好ましい態様に於いては、約2.5乃至3.0のpH値に保持された凝固液流を生じさせる如くである。

凝固操作に続くマスターパッチプロセスの残りは、ゴム小片を漿液から分離する段階を含む。かくして得られる小片は、水洗されそして実質的に100%収率で回収され、そして漿液が凝固液流への使用に循環される。

本方法を実施するには、カーボンブラックスラリー及びラテックスが適当な計量装置によつて望ましい量比で二つの別々の連続流の形で導入されることが刊要である。最も有利には、二つの流れ即ちカーボンブラックスラリー及びラテックスは、ステンレス鋼管に制御条件下に導入され、それによつてカーボンブラックとラテックスとの均一な分散体が得られる。ここでは単に好ましい装置であるステンレス鋼管は、カーボンブラック・ラテ

ックス混合物のクリーム化が起るのに適当な時間を確実にする為に役立つ。クリーム化操作中、低剪断条件が最適の性質のゴム小片の製造をもたらすことが判つた。

カーボンブラック・ラテックス混合物のクリーム化に続いて混合物の凝固を行なうべきであり、そして本発明方法に於いてはこれは特異な方法で行なわれる。更に特にクリーム化されたカーボンブラック・ラテックス混合物は一貫流として凝固液流の中心部に導入される。クリーム化カーボンブラック・ラテックス混合物の堅いストリームが、凝固液流の周囲から少なくとも一つの開口を通して凝固液流中に凝固液流の軸に対して実質的に横切る方向で放出される。この凝固達成の新規な方法は、凝固に先立つ凝固液流によるクリーム化カーボンブラック・ラテックス混物流の剪断及び噴霧を含む。クリーム化カーボンブラック・ラテックスと凝固液との接触から得られる混合物は、次に凝固が完結される適した反応領域に通される。前記の如く、凝固が完了したら、残つたプ

## 7

ポリスチレン、スチレン・イソプチレン、フェノール・アルデヒド類及びエポキシ樹脂の如き熱可塑性樹脂、加硫剤、加硫促進剤、促進剤活性化剤、硫黄キユア剤、酸化防止剤、熱安定剤、可塑剤、及び類似のものである。かかる他の添加剤を含有する組成物が本発明の範囲内であることは明らかであろう。

本発明は、代表的なゴム・カーボンブラックマスターバッチの詳細な製造を記述する以下の実施例を参照することによつて更に容易に理解されるであろう。勿論本発明が充分に開示されたら当業者に明らかになる本発明の多くの他の形態があり、そして従つてこの実施例は単に説明のためのものであり、そして本発明の範囲を限定するものと考えべきではない。

## 実施例 1

1 1.8 重量%の「リーガル (Regal<sup>®</sup>)」300 カーボンブラックペレット (キヤボット・コーボレーション製造、販売) を含む水性カーボンブラックスラリーを、例えば米国特許第 3, 294, 733

プロセスは通常のものでありそして漿液 (serum) のゴム小片からの分離が含まれる。ゴム小片は洗滌されそして乾燥されるが、一方漿液は可能な限り更に使用するために凝固液に循環される。

凝固液の調製においては、凝固剤が酸の必要量を減少するのみでなく更により清澄なカーボンブラックを含まない漿液を生成するので、これを加えることが好ましい。かかる凝固剤の適した例として、ユニオン・カーバイド・コーボレーションの製造、販売の「ポリオックス (Polyox<sup>®</sup>)」水溶性樹脂がある。これらの樹脂は、約 5,000,000 の分子量を有するポリエーテル類として文献に記載されている。

更に多くの目的に、本発明のゴムマスターバッチ組成物に他の通常のゴム添加剤を添加することが望ましい。かかる添加剤の代表例は、二酸化チタン、二酸化硅素、酸化亜鉛、炭酸カルシウム、クレー、硅酸カルシウム、硫化亜鉛、水和アルミナ及び焼成マグネシアの如き他の補強剤、配合物質としてポリ塩化ビニル、クマロン・インデン類、

## 8

号に示される如き通常の方法で調製する。28.7 重量%ゴムを含有する天然ゴムラテックスを、5279/分の速度でカーボンブラック・ラテックス混合物のクリーム化を行なうのに適した装置に導入する。この例においては、クリーム化操作に平滑な内壁及びカーボンブラック・ラテックス混合物の適切なクリーム化を可能にするのに充分な直径 (1/2 インチ 0. D.) と長さ (5 フィート) を有するステンレス鋼管が用いられる。天然ゴムラテックスを含有するステンレス鋼管「クリーマー」に、次に 1 1.8 重量%カーボンブラックスラリーを 7719/分の速度で供給する。このカーボンブラックスラリーは、クリーム化操作中低剪断力の条件を保持するのを助けるように軸方向に導入される。これは最適マスターバッチ小片品質を得るのに有用である。得られるカーボンブラック・ラテックス混合物のクリーム化は次に必要な時間で起る。一般に、クリーム化は 2 分以内に完了し、そしてこの例ではクリーム化は約 7 秒内に起る。クリーム化カーボンブラック・ラテックス

混合物を凝固するためには、この例ではクリーム化混合物を凝固液と混合するのに $\frac{3}{4}$ インチ I、D. を有する適当な混合装置が提供される。クリーム化カーボンブラック・ラテックス混合物は、一貫流として混合装置にそこへ流入する凝固液流の軸に対して実質的に横切る方向に導入される。クリーム化カーボンブラック・ラテックス混合物流と凝固液流とを接触するこの方法の結果として、クリーム化混合物流の適切な剪断及び噴霧そして凝固の開始が得られる。同様にこの混合操作を正確に制御することが可能である。ここで用いられる凝固液は、この例では約 2.5 乃至 3.5 の pH を有する酸性水溶液である。これは、水酢酸を 525 グラム/分の速度で水に、そして任意にここではポリオックス<sup>®</sup>凝固剤の 1 重量% 水溶液を 74 cm<sup>3</sup>/分の速度で加えることによつて調製される。混合に続いて、得られる反応混合物は、適当な反応器、この例では約 15 乃至 30 秒で起るカーボンブラック・ラテックス混合物の完全な凝固を可能にする充分な長さの 1 インチ I、D. のチューブに通さ

れる。漿液を次にゴム小片から通常の方法のいずれかで分離される。242.2 g/分の速度で約 100% 収率で得られるゴム小片は次に水洗されそして乾燥される。漿液は次に凝固液流に循環され可能な限り多量用いられる。過剰の漿液は単に廃液として捨てられる。

## 実施例 2

乾燥混合処方と比較したマスターバッチの成練性能を評価するために、以下の調合を用いた。

|                                   | 部     | 部     |
|-----------------------------------|-------|-------|
| 実施例 1 のマスターバッチ                    | 155   | —     |
| 天然ゴム                              | —     | 100   |
| リーガル <sup>®</sup> 300<br>カーボンブラック | —     | 55    |
| 酸化亜鉛                              | 4     | 4     |
| ステアリン酸                            | 2     | 2     |
| 硫黄                                | 2.5   | 2.5   |
| サントキュア                            | 0.875 | 0.875 |
| エージライトレジン D                       | 1     | 1     |

## 11

上記処方を 293 °F でキュアしそして以下の物性値を観察した。

|                                       | マスターバッチ | 乾燥混合 |
|---------------------------------------|---------|------|
| 抗張力、p. s. i.                          | 20'     | 4240 |
|                                       | 40'     | 4020 |
| 300%モジュラス、p. s. i.                    | 20'     | 2280 |
|                                       | 40'     | 2160 |
| 伸び、%                                  | 20'     | 500  |
|                                       | 40'     | 480  |
| 硬度、ショア A 2                            | 20'     | 63   |
|                                       | 40'     | 63   |
| アクロン アングル 摩耗<br>損失/10 <sup>6</sup> 回転 | 50'     | 320  |
|                                       |         | 476  |

上記からアクロンアングル摩耗指数の実質的な改良がみられる。更にマスターバッチ小片は乾燥混合小片よりも良好な分散特性を有することが判つた。

本発明をある態様について記述してきたが、これに限定されるものではなく、そして当業者にあ

## 12

きらかなその変更及び修正が本発明の精神又は範囲から離れることなく行なわれることを理解すべきである。

代理人 浅 村 皓  
外 3 名